



11011 U.S. PRO  
10/001965  
12/05/01

**Prioritätsbescheinigung über die Einreichung  
einer Gebrauchsmusteranmeldung**

**Aktenzeichen:** 200 20 555.2

**Anmeldetag:** 5. Dezember 2000

**Anmelder/Inhaber:** LC Tech GmbH, Dorfen/DE

**Bezeichnung:** Vorrichtung zur Erzeugung eines  
vorbestimmbaren Volumens vorgereinigter  
Bestandteile von Lösungsgemischen

**IPC:** B 01 D, B 01 F, B 01 J

**Die angehefteten Stücke sind eine richtige und genaue Wiedergabe der ur-  
sprünglichen Unterlagen dieser Gebrauchsmusteranmeldung.**

München, den 5. November 2001  
**Deutsches Patent- und Markenamt**  
**Der Präsident**  
Im Auftrag

This Page Is Inserted by IFW Operations  
and is not a part of the Official Record

## **BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

## **IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning documents *will not* correct images,  
please do not report the images to the  
Image Problem Mailbox.**

ein Vakuum zur Beschleunigung des Verdampfungsvorganges zu erzeugen. Dieser Prozess dauert erfahrungsgemäß weitere 30 bis 45 Minuten.

Der Erfinder hat sich nun die Aufgabe gestellt, den gesamten Arbeitsvorgang zeitlich abzukürzen und seine Handhabung zu vereinfachen, ohne die oben genannte umständliche Durchführung des Verfahrens in Kauf nehmen zu müssen.

Dies wird nach der Erfindung dadurch erreicht, daß der Trennvorrichtung eine Fördereinrichtung mit vorbestimmbarer Fließgeschwindigkeit und der Vakuumvorrichtung eine Vorrichtung zur Verhinderung einer Beeinflussung der Fließgeschwindigkeit der Fördervorrichtung durch den in der Vakuumvorrichtung vorliegenden Unterdruck vorgeschaltet sind.

Hierdurch wird erreicht, daß die Fließgeschwindigkeit des Lösungsgemisches durch die chromatographische Säule auf ihrem vorbestimmbaren optimal einstellbaren Wert bleibt, ohne daß das in der Verdampfungsvorrichtung vorhandene Vakuum die Fließgeschwindigkeit des Lösungsgemisches in der chromatographischen Säule beeinflussen kann. Der besondere daraus erfolgende Vorteil liegt darin, daß der Verdampfungsvorgang parallel zum Trennvorgang in der chromatographischen Säule, und zwar gleichzeitig zu diesem, ablaufen kann. Das heißt aber mit anderen Worten, es ist nicht nur die Handhabung des Verfahrens vereinfacht, sondern es wird vor allem die Gesamtzeit, die für die Erzeugung des Restvolumens der in der Lösung vorhandenen und durch Analyse zu bestimmenden Bestandteile benötigt wird, erheblich verkürzt. Mit anderen Worten, die Gleichzeitigkeit des Trennvorganges mit dem Verdampfungsvorgang, ein Vorgehen, welches allgemein als on-line-Verfahren bezeichnet werden darf, ist der besondere Vorteil dieses erfindungsgemäßen Vorgehens.

Dieses Vorgehen hat sich besonders bewährt, wenn man vorzugsweise die in den Unteransprüchen genannten Vorrichtungen und Maßnahmen für die Durchführung des Verfahrens einsetzt.

Einzelheiten der Erfindung werden nachstehend in einem Ausführungsbeispiel anhand der Zeichnung beschrieben.

Darin zeigen:

Fig. 1 in schematischer Darstellung den Aufbau der erfindungsgemäßen Vorrichtung und

Fig. 2 einen Längsschnitt durch ein Rückdruck-Regulatorventil.

Mit Hilfe einer Einrichtung zum Flüssigkeitstransport, hier einem Roboter mit angeschlossener Spritzenpumpe 1 wird die zu untersuchende Probe einer Dosiervorrichtung in Form einer Meßschleife 2 über ein Zweipositions- Sechs-Wege-Ventil 3 a,b,c,d,e, f, zugeführt. In dieser Dosiervorrichtung 2 findet in der Ventilstellung 3a,f, ein definiertes Überfüllen eines ausgemessenen, inerten Schlauches 2 mit Überlauf 3a,f in einen nicht dargestellten Entsorgungsbehälter statt. In Ventilstellung 3a,f wird mittels einer konstanten Flussrate, die mittels einer Flüssigkeitspumpe 6 über ein Laufmittelreservoir 4 mit dem Laufmittel 5 erzeugt wird, die abgemessene Probenmenge (z.B. 5ml) über eine chromatographische Trennsäule 8 geleitet.

Die chromatographische Säule 8 besteht aus einem Glas- oder Metallrohr 8a, das mit einem Trennmittel, z.B. einem Gel 8b gefüllt ist. Die chromatographische Säule 8 dient dazu, das Lösungsgemisch von Bestandteilen, z.B. von Fetten zu befreien, damit dem nachfolgenden Verdampfungsvorgang tatsächlich nur die zu analysierenden Stoffe zugeführt werden.

Da die Moleküle der Fette größer sind als die der zu analysierenden Pestizide, ist auch ihre Wechselwirkung mit dem Trennmittel 8b in der chromatographischen Säule 8 geringer als die der Pestizide. Erfahrungsgemäß fließen die Fette in einer Anfangsphase von ca. 20 Minuten ab. Sie werden über ein in der Ausgangsleitung 9 der chromatographischen Säule 8 sitzendes Ventil 9a während dieser Anfangsphase verworfen. Innerhalb einer nachfolgenden Zeitspanne von ca. 20 - 30 Minuten folgen dann die noch im Laufmittel 5 befindlichen, zu analysierenden Pestizide, die einer Verdampfungsvorrichtung zugeführt werden sollen.

In der Ausgangsleitung 9 liegt stromabwärts gesehen, ein Rückdruckregulator 10. Dieser Rückdruckregulator 10 ist ein handelsübliches Gerät zur Entkoppelung von unterschiedlichen Druckniveaus.

Dipl. Phys. H. Seidel  
Patentanwältin  
Siedlungsstr. 3  
84494 Lohkirchen  
Tel. 08637/883

Datum: 23.11.00

m.Z.: 1041/5

LCTech GmbH  
Bahnweg 41  
84405 Dorfen

---

Vorrichtung zur Erzeugung eines vorbestimmbaren  
Volumens vorgereinigter Bestandteile von Lösungsgemischen

---

Die Erfindung betrifft eine Vorrichtung zur Erzeugung eines vorbestimmbaren Volumens der Bestandteile von Lösungsgemischen mit einer Dosiervorrichtung für das Lösungsgemisch, einer dieser nachgeschalteten Trennvorrichtung zur Abtrennung unerwünschter, in dem Lösungsgemisch enthaltener Bestandteile und einer Vakuumvorrichtung zum Eindampfen des in der Trennvorrichtung vorgereinigten Lösungsgemisches auf das vorbestimmte Volumen.

Um den Gesamtgehalt an lösbaren Bestandteilen in einem Lösungsgemisch zu bestimmen, bedient man sich eines Verfahrens, bei dem durch Verdampfung ein volumenmäßig festgelegtes Restvolumen der in einer vorgegebenen Menge des Lösungsgemisches enthaltenen Bestandteile erzeugt wird, um dieses Restvolumen einer chemischen Analyse zuzuführen, bei der nicht nur die Art der einzelnen Bestandteile, sondern auch ihr numerisches Mengenverhältnis festgestellt werden kann.

22.11.2001

In dem anfänglichen Lösungsgemisch befinden sich aber in der Regel neben den zu analysierenden Bestandteilen auch noch weitere unerwünschte Bestandteile. Man ist daher genötigt, vor dem Eindampfungsverfahren eine Abtrennung dieser unerwünschten Bestandteile vorzunehmen. Hierzu bedient man sich herkömmlicherweise einer Flüssig-chromatographischen Säule, durch die das Lösungsgemisch hindurch geleitet wird. Die Trennung der im Lösungsgemisch enthaltenen unerwünschten Bestandteile erfolgt dann aufgrund unterschiedlicher chemischer und physikalischer Eigenschaften der Substanzen bei ihrer Wechselwirkung mit dem in der chromatographischen Säule enthaltenen Material. Für eine optimale Trennung der Substanzen ist eine konstante, bereits durch Normen festgelegte Fließgeschwindigkeit in der chromatographischen Säule erforderlich. Darüber hinaus muß ein sogenanntes „Trockenlaufen“ der chromatographischen Säule unbedingt vermieden werden, denn hierbei würde es zu Rißbildungen im Gel der chromatographischen Säule kommen, was eine drastisch reduzierte und völlig undefinierte Wechselwirkung zwischen Lösungsgemisch und dem in der chromatographischen Säule enthaltenen Material zur Folge hätte.

Um eine gleichmäßige Fließgeschwindigkeit in der chromatographischen Säule aufrecht zu erhalten, leitet man das Lösungsgemisch zusammen mit einer zugepumpten Trägerflüssigkeit durch die chromatographische Säule, wobei die Trägerflüssigkeit mit einstellbarer, aber gleichbleibender Pumpwirkung zusammen mit der vorgegebenen Menge des Lösungsgemisches durch die chromatographische Säule gedrückt wird. Hinter der chromatographischen Säule werden die unerwünschten Bestandteile, z.B. in dem Lösungsgemisch enthaltene Fette, innerhalb einer ersten Zeitspanne aufgefangen und verworfen. Die zeitlich nachfolgenden Bestandteile, bei denen es sich in der Regel um Pestizide handelt, deren Gehalt in dem Lösungsgemisch festgetellt werden soll, werden dann aufgefangen und in die Verdampfungsvorrichtung eingefüllt, damit nach erfolgter Verdampfung auf ein vorbestimmbares Restvolumen dieses der chemischen Analyse zugeführt werden kann.

Erfahrungsgemäß dauert der Trennvorgang in der chromatographischen Säule bis zur Abscheidung der unerwünschten Bestandteile ca. 20 Minuten, dann beginnt die Phase, in der das zu untersuchende Lösungsgemisch nachfolgt. Diese Phase dauert in der Regel etwa 30 Minuten. Erst nach Beendigung des zeitaufwendigen Reinigungsprozesses kann damit begonnen werden, das Verdampfungsgefäß zu füllen, das Gefäß aufzuheizen und

Der Rückdruckregulator 10 hat die Form einer zylindrischen Hülse mit einem einseitig angebrachten Dichtsitz, durch die die Flüssigkeit hindurchfließen kann. Durch eine mittels einer Stellschraube 10a beaufschlagte Spiralfeder 10b wird ein Dichtungsglied 10c gegen die Eingangsöffnung des Rückdruckregulators 10 gedrückt. Abhängig von dem mittels der Stellschraube 10a einstellbaren Druck auf das Dichtungsglied 10c läßt sich eine ideale Kopplung zwischen einem Vakuum und dem Fließprozess in der chromatographischen Säule erreichen

Eine Leitung 11 führt von dem Rückdruckregulator 10 unmittelbar in ein aufheizbares Vakuumgefäß 12, welches zur Einengung der Probenflüssigkeit, die ein Volumen von ca. 80 bis 200 ml hat, auf ca. 5 ml dient. Dieses Volumen von 5 ml ist das Referenzvolumen, das den 5ml der Probenaufgabe bei der Injektion entspricht. Dieses Referenzvolumen oder mit anderen Worten, dieses Endvolumen wird mit Hilfe einer optischen Methode 13 bestimmt. Anschließend wird die Probe aus dem Vakuumgefäß 12 abgesaugt und kann einer chemischen Analyse zugeführt werden.

Dieses Vorgehen ermöglicht in idealer Weise Fließprozess und Vakuumeinengung der Probe zeitgleich durchzuführen.

Mit Hilfe der erfindungsgemäßen Vorrichtung ist es möglich geworden, den Zeitaufwand für den reinen Chromatographie-Prozess drastisch zu reduzieren, da die Reinigung der Probe parallel, also gleichzeitig oder mit anderen Worten, in einem on-line-Verfahren mit dem Vorgang der Konzentration in der Vakuumvorrichtung ablaufen kann und keine weiteren manuellen Zwischenschritte durch eine Bedienungsperson mehr erforderlich sind.

Dipl. Phys. H. Seidel  
Patentanwaltin  
Siedlingstr. 3  
84494 Lohkirchen  
Tel. 08637/883

Datum: 23.11.00

AZ: 1041/5

### Schutzansprüche

1. Vorrichtung zur Erzeugung eines vorbestimmbaren Volumens der Bestandteile von Lösungsgemischen mit einer Dosiervorrichtung für das Lösungsgemisch, einer dieser nachgeschalteten Trennvorrichtung zur Abtrennung unerwünschter, in dem Lösungsgemisch enthaltener Bestandteile und einer Vakuumvorrichtung zur Konzentration des in der Trennvorrichtung vorgereinigten Lösungsgemisches auf das vorbestimmte Volumen, dadurch gekennzeichnet, daß der Trennvorrichtung (8) eine Fördereinrichtung (6) mit vorbestimmbarer Fließgeschwindigkeit und der Vakuumvorrichtung (12) eine Vorrichtung (10) zur Verhinderung einer Beeinflussung der Fließgeschwindigkeit der Fördervorrichtung durch den in der Vakuumvorrichtung vorliegenden Unterdruck vorgeschaltet sind
2. Vorrichtung nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Fördereinrichtung eine Flüssigkeitspumpe (6) ist, die mit einem Flüssigkeitsreservoir (4) verbunden ist, und die der durch die Dosiereinrichtung (2) bestimmten Menge des Lösungsgemisches eine Trägerflüssigkeit (5) hinzufügt, die gemeinsam mit dem Lösungsgemisch durch die Trennvorrichtung (8) gefördert wird.
3. Vorrichtung nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß die Vorrichtung zur Verhinderung einer Beeinflussung der Fließgeschwindigkeit ein Ventil (10) ist.



4. Vorrichtung nach einem der vorhergehenden Ansprüche, d a d u r c h g e k e n n z e i c h n e t, daß als Ventil ein Rückdruckregulator (10) eingesetzt ist.
5. Vorrichtung nach einem der vorhergehenden Ansprüche, d a d u r c h g e k e n n z e i c h n e t, daß der Rückdruckregulator ein zylindrisches Gehäuse umfaßt, in dem ein Dichtungsglied (10c) über eine mittels einer Stellschraube (10a) beaufschlagbaren Spiralfeder (10b) in Richtung zur Einflußöffnung des Gehäuses hin drückbar ist.
6. Vorrichtung nach einem der vorhergehenden Ansprüche, d a d u r c h g e k e n n z e i c h n e t, daß als Dosiervorrichtung (2) ein Schlauch definierten Innenvolumens (Meßschleife) eingesetzt ist, in dem das Volumen des zugeführten Lösungsgemisches bestimmbar ist.
7. Vorrichtung nach einem der vorhergehenden Ansprüche, d a d u r c h g e k e n n z e i c h n e t, daß als Trennvorrichtung eine chromatographische Säule (8) eingesetzt ist, durch die die durch die Dosiervorrichtung (2) bestimmte Menge des Lösungsgemisches zusammen mit der Trägerflüssigkeit (5) hindurchgeleitet wird.

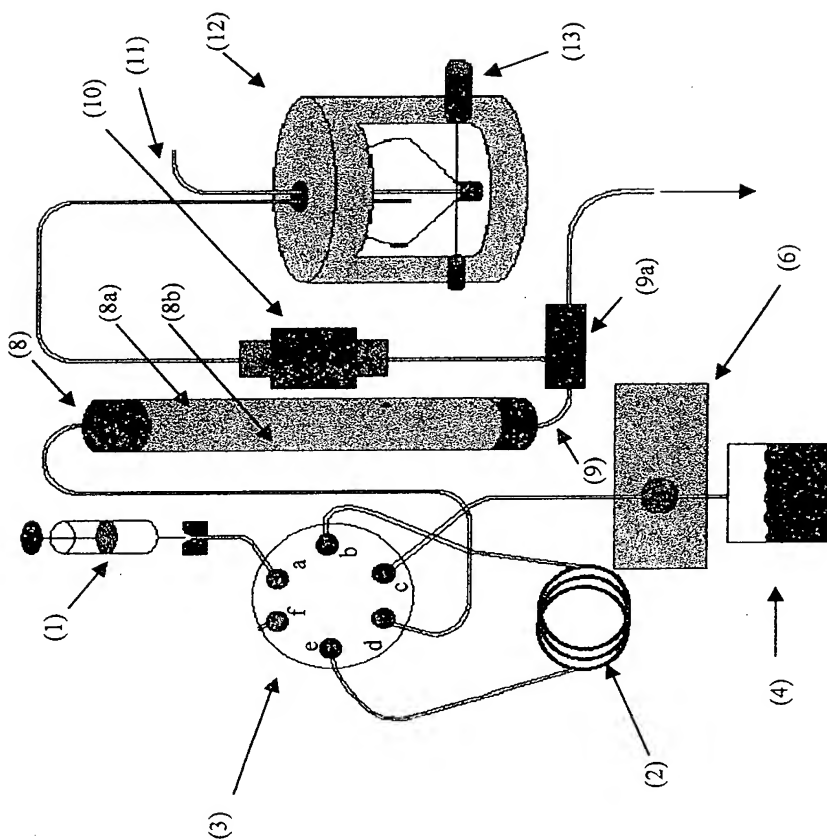


Fig. 1

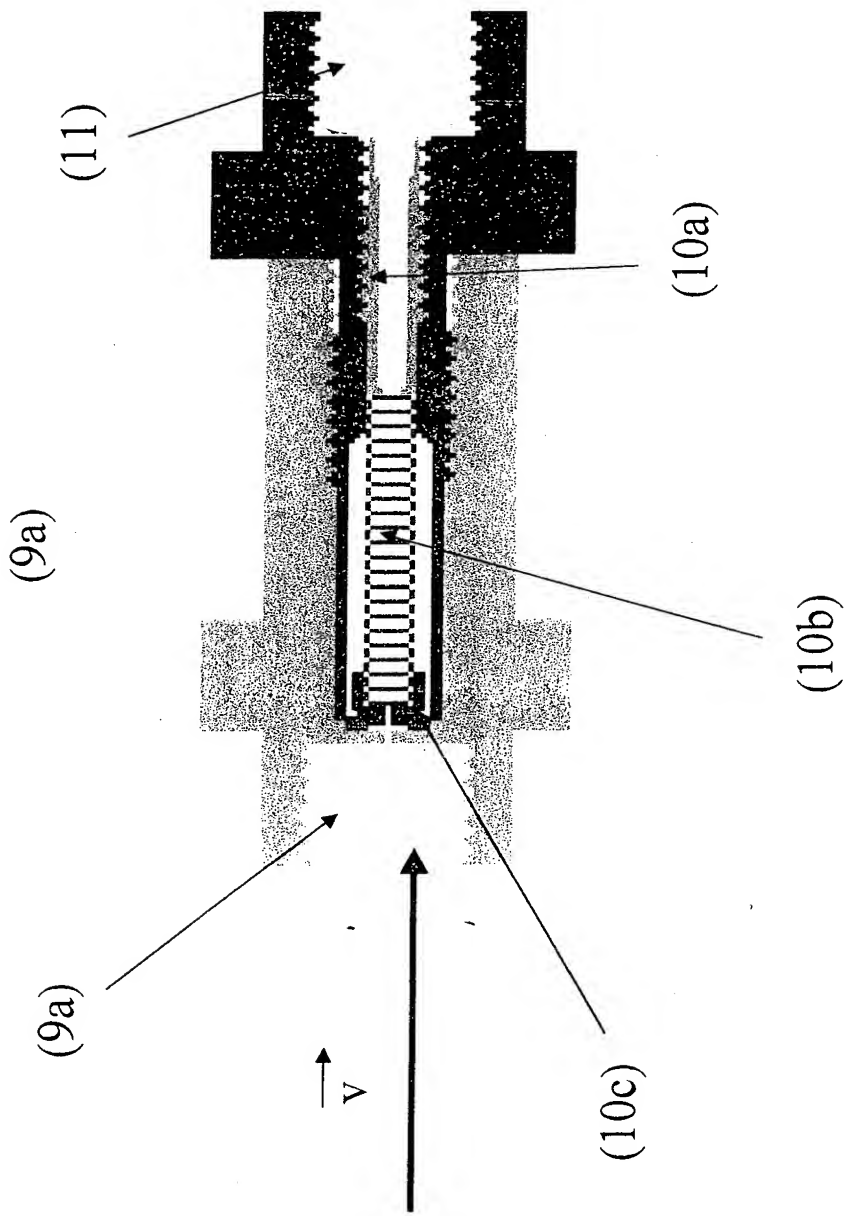


Fig. 2